

**PRODUCTION OF BASE MATERIAL FOR OPTICAL FIBER**

Patent Number: JP2172835  
Publication date: 1990-07-04  
Inventor(s): YOKOTA HIROSHI; others: 03  
Applicant(s):: SUMITOMO ELECTRIC IND LTD  
Requested Patent: ☐ JP2172835  
Application Number: JP19880326085 19881226  
Priority Number(s):  
IPC Classification: C03B37/016 ; G02B6/00  
EC Classification:  
Equivalents:

**Abstract**

**PURPOSE:** To stably and easily obtain the base material for optical fibers having a large clad/core diameter ratio by forming a porous glass body by a sol-gel method on the outer periphery of a glass rod for core and sintering the body to form the transparent glass rod.

**CONSTITUTION:** A metal alkoxide soln. 3 essentially consisting of the alkoxide of Si is filled in a cylindrical vessel 2 and the glass rod 1 which is made into the core or includes the part to be made into the core is disposed at the center thereof. The metal alkoxide 3 is hydrolyzed to form a silica gel or the silica gel contg. additive elements and this silica gel is dried to form the porous body 5. The resulted glass rod/silica gel composite 6 is subjected to a treatment to eliminate pores then to sintering, by which the transparent composite glass rod 10 consisting of the core rod 1 and the jacket glass 9 is obt'd.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

## ⑫ 公開特許公報(A)

平2-172835

⑤ Int. Cl.<sup>3</sup>C 03 B 37/016  
G 02 B 6/00

識別記号

3 5 6 A  
3 7 6 A

庁内整理番号

8821-4G  
7036-2H  
7036-2H

⑬ 公開 平成2年(1990)7月4日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全4頁)

⑭ 発明の名称 光ファイバ用母材の製造方法

⑰ 特 願 昭63-326085

⑱ 出 願 昭63(1988)12月26日

⑲ 発 明 者 横 田 弘 神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社  
横浜製作所内

⑲ 発 明 者 弾 塚 俊 雄 神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社  
横浜製作所内

⑲ 発 明 者 高 城 政 浩 神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社  
横浜製作所内

⑲ 発 明 者 伊 藤 真 澄 神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社  
横浜製作所内

⑳ 出 願 人 住友電気工業株式会社 大阪府大阪市東区北浜5丁目15番地

㉑ 代 理 人 弁理士 内 田 明 外3名

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

光ファイバ用母材の製造方法

## 2. 特許請求の範囲

円筒状容器にSiのアルコキシドを主体とした金属アルコキシド溶液を満たし、その中心にコアとなる又はコアとなる部分を含むガラスロッドを配置し、該金属アルコキシドを加水分解してシリカゲル或いは添加元素を含むシリカゲルとして、該シリカゲルを乾燥させた後、得られたガラスロッド・シリカゲル複合体を無孔化処理を行った後焼結して透明ガラス複合ロッドを製造することを特徴とする光ファイバ用母材の製造方法。

## 3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は光通信用ガラスファイバ製造に好適な光ファイバ用母材の製造方法に関するものである。

(従来技術)

光ファイバ用母材(プリフォーム)を製造する方法としては、気相軸付法(VAD法)をはじめとする、SiC<sub>2</sub>等のガラス原料ガスを酸水素火炎内で加水分解して生成したガラス微粒子をターゲットに堆積させ、得られたガラス微粒子多孔質体を焼結し、透明ガラス化する方法が知られている。光ファイバの中で長距離・大容量通信媒体として使用されているシングルモードファイバを従来技術により製造する場合、コア径が5〜10 $\mu$ m、外径125〜150 $\mu$ m、と外径/コア径(D/d)比が非常に大きく、コア用ガラスとクラッド用ガラスを同時合成することが極めて困難である。そこで、通常はコア用ロッドとしてD/dが小さいガラスロッドをまず作製し、しかる後該コア用ガラスロッドに石英質をジャケットする、或いはVAD法、外付法等の火炎加水分解法を用いて、該コア用ガラスロッドの外周にスート(スラット)を堆積して透明ガラス化することにより、所望のD/d比を得て、シングルモードファイバ用プリフォーム母材を

作製している。

〔発明が解決しようとする課題〕

従来の方法では、コア用ガラスロッドの外側に更に所望のクラッド／コア径比を得るため、クラッド層となる石英ガラスをジャケットする必要があったが、市販の熔融石英ガラス管を用いた場合、不純物、気泡等が含まれているため、光ファイバとしたときにファイバ強度が弱いという問題があった。また石英ガラス管の偏肉、外径の不均一等のばらつきがあり、安定して高品質な光ファイバを製造することが困難であった。一方、火炎加水分解を用いてコア用ガラスロッドの外周にスート（sheath）を堆積・合成する方法では、高純度な石英ガラスが形成されるため、光ファイバの強度は十分強いものが得られるが、合成速度が低く、安価に光ファイバを製造することが難しい、また、スートを合成する条件（温度、圧力、流量）が複雑であり、所望のガラス量を、安定に、コア用ガラスロッドの外周に堆積させることが難しいという問題がある。

〔作用〕

第1図は、本発明の方法を工程順に説明するための概略図であり、例えばVAD法等により作製されたコア用ガラスロッド1を、所望の外径寸法となる円筒状容器2内に収納されたSiのアルコキシドを主体とする金属アルコキシド溶液3中の中心に配置する。4はガラスロッドの保持機構である〔第1図の(a)〕。

本発明に用いられるSiのアルコキシド液としては、例えば $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ 、 $\text{Si}(\text{OC}_4\text{H}_9)_4$ 等のテトラアルコキシシランが好ましい。作製されるガラスロッドの屈折率を調整する目的でF、B、Ge等の金属のアルコキシド液を混合することも可能である。

ここで、生成されるコロイダルシリカの粒径分布を調整するために、 $\text{HCl}$ 等の酸、 $\text{NH}_4\text{OH}$ 等のアルカリを、また加水分解用の $\text{H}_2\text{O}$ 、溶媒としての $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 等アルコール等の適量を、該Siを主体とする金属のアルコキシド液3に混合・攪拌し、加水分解させる。金属アルコキ

シドは上記の従来法の問題点を解決して、クラッド／コア径比の大きい光ファイバ用母材を、安定かつ容易に、低コストで製造できる方法を提案することを目的とするものである。

〔課題を解決するための手段〕

本発明者等は上記の目的に沿い研究努力を重ねた結果、クラッド／コア径比がそれほど大きくないコア用ガラスロッドの外周に所謂ゾル・ゲル法によりガラス多孔質体を形成し、これを透明化する方法を見出した。

すなわち、本発明は円筒状容器にSiのアルコキシドを主体とした金属アルコキシド溶液を満たし、その中心にコアとなる又はコアとなる部分を含むガラスロッドを配置し、該金属アルコキシドを加水分解してシリカゲル或いは添加元素を含むシリカゲルとして、該シリカゲルを乾燥させた後、得られたガラスロッド・シリカゲル複合体を無孔化処理を行った後焼結して透明ガラス複合ロッドを製造することと特徴とする光ファイバ用母材の製造方法である。

ド溶液3がゲル化した後、そのまま円筒状容器2内で乾燥させ、ドライゲルとすることによりコア用ガラスロッド1の外側に乾燥多孔質体5が形成される〔第1図の(b)〕。この乾燥多孔質体5のカサ密度は通常 $0.15 \sim 0.5 \text{ g/cm}^3$ 程度である。

このコア用ガラスロッド1と乾燥多孔質体5の複合体6を円筒状容器2から取り出し、ヒータ7を備えた透明化炉8内で加熱処理する〔第1図の(c)〕。これにより、コアロッド1とジャケットガラス9からなる透明な複合ガラスロッド10を得ることができる〔第1図(d)〕。

なお、透明化加熱処理を実施する前に、多孔質体内に残存するカーボンを除去する目的で酸素ガス雰囲気中での前処理加熱、或いは水酸基を除去する目的で塩素等の脱水性ガス雰囲気中での前処理加熱等を適宜実施することができる。透明化加熱は、ヘリウムガス雰囲気或いは真空中で実施することが、脱泡のために望ましい。

以上の説明では、出発材ガラスロッドとしてコア用ガラスロッド使用の例を挙げたが、コア部の外周にクラッドを持つガラスロッドを用いてもよい。このロッドの材質も限定されるところはなく、公知の組成、例えば $\text{SiO}_2$ やこれにGe、P、B、F、Al等の添加物を添加したもの等を用いることができる。出発材ガラスロッドの製法も特に限定されるところはなく、例えばVAD法、外付法、MCVD法、PCVD法、ロッドインチューブ法その他の公知技術が適用できる。さらに、出発材のサイズも限定されるところはなく、公知技術により得られたガラスロッドを適宜延伸することにより所望サイズに仕上げて用いることができる。

円筒状容器は微量な金属不純物の混入を防止するために、石英製ガラス容器を使用することが望ましく、また、作製される多孔質体の外表面を平滑にするため、その内面を機械研磨、化学研磨等により平滑にしておくことが望ましい。ドライゲルの作製工程は低温で実施されるので、

得られた焼結体（外径 $51\text{ mm}$ φ、長さ $280\text{ mm}$ 、コアとクラッドの屈折率比 $0.31\%$ ）の外径／コア径比は $5.6$ であった。この焼結体ロッドを抵抗炉を用いて加熱延伸し、外径 $3\text{ mm}$ φの細径ロッドにした後、石英製の円筒状容器（内径 $18\text{ mm}$ φ）の中心に垂直にセットした。テトラメトキシシラン溶液 $[\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4 : \text{H}_2\text{O} : \text{C}_2\text{H}_5\text{OH} : \text{HCl} = 1 : 1.6 : 1.9 : 0.35]$ を調整し攪拌した後、該混合溶液を石英製円筒状容器に流し込み、温度 $30^\circ\text{C}$ で静置し、 $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ の加水分解及び重合を行わせ、透明なゲル体を作製した。更に温度 $80^\circ\text{C}$ で6日間保持した後、温度 $120^\circ\text{C}$ に昇温し、乾燥せしめた。得られた乾燥ゲル体は、石英炉心管中で酸素ガス $10\%$ を含むヘリウムガス雰囲気中で抵抗炉を用いて温度 $800^\circ\text{C}$ で1時間加熱され、更に塩素ガス $5\%$ を含むヘリウムガス雰囲気下温度 $950^\circ\text{C}$ で1.5時間加熱され、ゲル体に残留するカーボン及びOH基を揮散させた。その後、石英炉心管中の雰囲気ガスをヘリウムガス

安価なプラスチック製容器を用いることも可能である。

ゾル・ゲル法はガラス微粒子多孔質体を低温で合成でき、また複雑な製造設備を要せずに、高純度の石英ガラスを経済的に製造できる方法である。そして、得られる多孔質体はゾル液を収納する容器の形状により、簡単に高精度な所望形状に安定に仕上げることができる。

以下、本発明の詳細は実施例と共に説明されるが、本発明がこれにより限定されるものではない。

#### 〔実施例〕

##### 実施例

VAD法を用いて $\text{GeO}_2$ が添加されたコア用スタートと純 $\text{SiO}_2$ クラッド用スタートを同時に合成した。得られた多孔質母材（外径 $105\text{ mm}$ φ、長さ $800\text{ mm}$ ）を電気炉を用いて塩素ガスを $50\%$ 含むヘリウムガス雰囲気中で $1100^\circ\text{C}$ に加熱し、脱水処理した後、ヘリウムガスのみの雰囲気中で $1850^\circ\text{C}$ に加熱し透明ガラス化した。

として、温度を $2^\circ\text{C}/\text{min}$ の昇温速度で $1450^\circ\text{C}$ まで上昇させた。得られた複合ガラスロッドの外径は $7.9\text{ mm}$ φ、長さは $320\text{ mm}$ であった。

同様な方法で光ファイバ用ガラスプリフォーム母材を五本作製し、そのプリフォーム母材の外径変動を測定したところ、その中心値 $7.9\text{ mm}$ φに対して、外径変動 $1\%$ 以内という良好な結果を得た。又、プリフォーム母材を線引炉を用いてファイバ化し、そのロス特性を評価したところ、いずれも $0.4\text{ dB}/\text{km}$ 以下（測定波長 $1.3\text{ }\mu\text{m}$ ）という良好な結果であった。

#### 〔発明の効果〕

以上説明したように、本発明は円筒状容器に $\text{Si}$ のアルコキシドを主体とした金属アルコキシド液を滴下し、その中心にコア用ガラスロッドを配置し、金属アルコキシドを加水分解・重合してシリカゲルを得、更に無孔化処理することにより、光ファイバ用プリフォーム母材を作製する方法であるので、高純度の石英ガラスを所望量、安定にコア用ガラスロッドの外側に形成

することが可能となり、高品質な光ファイバ用  
プリフォーム母材を経済的に製造できる。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の実施態様を工程順に説明する概略図である。

1はコア用ガラスロッド、2は円筒状容器、  
3は金属アルコキシド溶液、4はガラスロッド  
の保持機構、5は多孔質体、6はコア用ガラス  
ロッドと多孔質体との複合体、7はヒータ、8  
は透明化炉を示す。

代理人	弁理士	内	田	明
代理人	弁理士	萩	原	亮一
代理人	弁理士	安	西	篤夫
代理人	弁理士	平	石	利子

第1図

